

PATENT
2185-480P



IN THE U.S. PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant: Satoru NIPPA
Appl. No.: New Group: Unknown
Filed: November 9, 2000 Examiner: UNKNOWN
For: RESIN COMPOSITE AND METHOD FOR
PRODUCING THE SAME

L E T T E R

Assistant Commissioner for Patents
Washington, DC 20231

November 9, 2000

Sir:

Under the provisions of 35 U.S.C. § 119 and 37 C.F.R. § 1.55(a), the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on the following application(s):

<u>Country</u>	<u>Application No.</u>	<u>Filed</u>
JAPAN	11-320987	November 11, 1999

A certified copy of the above-noted application(s) is(are) attached hereto.

If necessary, the Commissioner is hereby authorized in this, concurrent, and future replies, to charge payment or credit any overpayment to Deposit Account No. 02-2448 for any additional fee required under 37 C.F.R. §§ 1.16 or 1.17; particularly, extension of time fees.

Respectfully submitted,

BIRCH, STEWART, KOLASCH & BIRCH, LLP

By


John W. Bailey, #32,881

JWB:law
2185-480P

P.O. Box 747
Falls Church, VA 22040-0747
(703) 205-8000

Attachment

日 本 国 特 許 庁
PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

Satoru NIPPAH
"NEW"
11-9-00
2185-480P
Birch, Stewart, Kolasek &
Birch, LLP
10f/

JC921 U.S. PTO
09/708519
11/09/00

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されて
いる事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed
with this Office.

出 願 年 月 日
Date of Application:

1999年11月11日

出 願 番 号
Application Number:

平成11年特許願第320987号

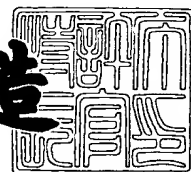
出 願 人
Applicant (s):

住友化学工業株式会社

2000年 9月22日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

及 川 耕 造



出証番号 出証特2000-3077717

【書類名】 特許願

【整理番号】 P150884

【提出日】 平成11年11月11日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 C09D005/18

【発明者】

 【住所又は居所】 愛媛県新居浜市惣開町 5 番 1 号 住友化学工業株式会社
 内

 【氏名】 新葉 智

【特許出願人】

 【識別番号】 000002093

 【氏名又は名称】 住友化学工業株式会社

【代理人】

 【識別番号】 100093285

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 久保山 隆

 【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

 【識別番号】 100094477

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 神野 直美

 【電話番号】 06-6220-3404

【選任した代理人】

 【識別番号】 100113000

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 中山 亨

 【電話番号】 06-6220-3404

【手数料の表示】

 【予納台帳番号】 010238

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9903380

【ブルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 樹脂組成物及びその製造方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 平均一次粒子径 100 nm 以下の水酸化アルミニウムと前記水酸化アルミニウムの表面電位とその符号が同じ表面電位を有する樹脂エマルジョンとを含む樹脂組成物。

【請求項 2】 樹脂エマルジョンが酢酸エチル、アクリルエステル系エマルジョン、酢酸ビニル系エマルジョン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリスチレンラテックス、ポリエチレンエマルジョン、シリコーンエマルジョン、ゴムラテックスからなる群より選ばれた 1 種以上であることを特徴とする請求項 1 記載の樹脂組成物。

【請求項 3】 平均一次粒子径 100 nm 以下の水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとを、前記水酸化アルミニウムの表面電位の符号と前記樹脂エマルジョンの表面電位の符号が同じになるように混合して混合物を得、次いで得られた混合物を凝集させた後、洗浄、乾燥してなることを特徴とする請求項 1 記載の樹脂組成物の製造方法。

【請求項 4】 樹脂エマルジョンが酢酸エチル、アクリル酸エチル、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ゴムラテックスからなる群より選ばれた 1 種以上であることを特徴とする請求項 3 記載の樹脂組成物の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は樹脂組成物及びその製造方法に関する。詳細には、自動車等のタイヤ等に用いられる樹脂組成物及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】

従来より、樹脂エマルジョンと水酸化アルミニウムとを含む樹脂組成物が知られている（例えば、特開平 9-95630 号公報）。

【0003】

しかしながら、前記樹脂組成物は十分な機械的物性（引張強度、曲げ強度）を有するものではなかった。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明の課題は優れた機械的物性を有する樹脂組成物を提供することにある。また、本発明の課題は前記樹脂組成物を簡易に製造し得る方法を提供することにある。

【0005】

【課題を解決するための手段】

かかる事情下に鑑み、本発明者らは上記課題を解決することを目的に鋭意検討した結果、この目的を達成し得る樹脂組成物及びその製造方法を見出し本発明を完成するに至った。すなわち、本発明は、（１）平均一次粒子径 100 nm 以下の水酸化アルミニウムと前記水酸化アルミニウムの表面電位とその符号が同じ表面電位を有する樹脂エマルジョンとを含む樹脂組成物であり、

【0006】

（２）樹脂エマルジョンが酢酸エチル、アクリル酸エチル、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ゴムラテックスからなる群より選ばれた 1 種以上であることを特徴とする（１）記載の樹脂組成物であり、

【0007】

（３）平均一次粒子径 100 nm 以下の水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとを、前記水酸化アルミニウムの表面電位の符号と前記樹脂エマルジョンの表面電位の符号が同じになるように混合して混合物を得、次いで得られた混合物を凝集させた後、洗浄、乾燥してなることを特徴とする（１）記載の樹脂組成物の製造方法であり、

【0008】

（４）樹脂エマルジョンが酢酸エチル、アクリルエステル系エマルジョン、酢酸ビニル系エマルジョン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、ポリスチレンラテックス、ポリエチレンエマルジョン、シリコーンエマルジョン、ゴムラテックスからなる群より選ばれた 1 種以上であることを特徴とする（３）記載の樹脂組成物の

製造方法である。

【0009】

【発明の実施の形態】

以下に本発明を詳細に説明する。

本発明の樹脂組成物は水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとを含む。水酸化アルミニウムは平均一次粒子径100nm以下、好ましくは10nm～50nmである。平均一次粒子径の測定は透過電子顕微鏡（TEM）を用い、Feret径（例えば、粉体 理論と応用、丸善株式会社発行）を測定することに求めた。また、前記水酸化アルミニウムは、例えば、平均二次粒子径が3μm以下、好ましくは1μm以下、結晶構造がギブサイト、ペーマイト、パイヤライト、非晶質、好ましくはペーマイトである。

【0010】

本発明に用いる水酸化アルミニウムの製造方法としては、例えば、アルミニウムアルコキシドを加水分解して水酸化アルミニウムスラリーを得、次いで得られた水酸化アルミニウムスラリーを連続式湿式粉碎機等に通して懸濁液を得、次いで得られた懸濁液を約50℃～約200℃で約5時間～約100時間熱処理した後、気流乾燥機等を用いて乾燥する方法等が挙げられる。前記した水酸化アルミニウムの製造方法では、熱処理後の懸濁液を固液分離して固形分（水酸化アルミニウム）と液とに分けた後、固形分を水洗して不純物を除去することが好ましい。

【0011】

樹脂エマルジョンは、前記水酸化アルミニウムの表面電位とその符号が同じ表面電位を有するものであればよく、例えば、酢酸エチル、アクリル酸エチルなどのアクリルエステル系エマルジョン、酢酸ビニル系エマルジョン、エチレン-酢酸ビニル共重合体、塩化ビニル系ラテックス、塩化ビニリデン系ラテックス、ポリスチレンラテックス、ポリエチレンエマルジョン、シリコーンエマルジョン、ポリブテンエマルジョン、ゴムラテックス等が挙げられる。これらは1種で用いてもよく、2種以上混合して用いてもよい。

【0012】

ゴムラテックスとしては、ブタジエン若しくはイソプレン等の共役ジエン化合物を有するブタジエンラテックス、クロロプレンラテックス、イソプレンラテックス又はブタジエン若しくはイソプレンとこれと共重合し得るモノマー類との共重合ラテックス等が挙げられる。

【0013】

また、本発明の樹脂組成物は溶媒を含んでいてもよい。前記溶媒としては樹脂エマルジョンの分散媒と相溶性を有する溶媒が好適に用いられる。

【0014】

本発明において、水酸化アルミニウム懸濁液と樹脂エマルジョンの表面電位が同じ符号であることが必須であり、さらに両者の液のpHが実質的に等しいことが好ましい。水酸化アルミニウム懸濁液の表面電位の符号と樹脂エマルジョンの表面電位の符号が異なる場合には両者を混合したと同時に電荷バランスが崩れ、不均一な混合物が生じる。また両者の混合時の電荷バランスを安定的に保つ観点から、混合前の両者のpHは実質的に等しいことが好ましい。樹脂エマルジョンの表面電位は同一のpH条件で各々測定したゼータ電位により表わす。

【0015】

本発明の樹脂組成物の具体例としては水酸化アルミニウム、水性樹脂エマルジョン及び水を含む樹脂組成物等が挙げられる。また、水酸化アルミニウム、樹脂エマルジョンに加え、必要に応じて、プロセスオイル、酸化防止剤、老化防止剤、ステアリン酸、酸化亜鉛、ワックス等の添加剤または硫黄、加硫促進剤等の加硫剤を含ませてもよい。

【0016】

本発明の樹脂組成物の製造方法は、平均一次粒子径100nm以下の水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとを、前記水酸化アルミニウムの表面電位の符号と前記樹脂エマルジョンの表面電位の符号が同じになるように混合して混合物を得、次いで得られた混合物を凝集させた後、洗浄、乾燥してなることを特徴とする。

【0017】

前記混合は、水酸化アルミニウムの表面電位の符号と前記樹脂エマルジョンの

表面電位の符号が同じになるように混合できればよく、例えば、pH7の水に、当該pHにおいて表面電荷が正である水酸化アルミニウムと表面電位が正である樹脂エマルジョンとを添加、混合する方法、pH9の水に、水酸化アルミニウムをカチオン電荷を持つ高分子で表面処理して得られる表面処理水酸化アルミニウム（当該pHにおいて表面電荷が正である）と表面電位が正である樹脂エマルジョンとを添加、混合する方法等が挙げられる。前記混合を行わない場合には、簡単に本発明の樹脂組成物を得ることが困難となる。

【0018】

前記凝集は、例えば、塩、酸、塩基、高分子凝集剤等を添加、混合して行えばよい。水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとの混合物を沈降させ、洗浄が容易にできることから、水酸化アルミニウムと水性樹脂エマルジョン（乳化重合SBRラテックス）とを混合して得られた混合物を用いる場合には、食塩（塩化ナトリウム）、希硫酸、アミン系オリゴマー等を用いることが好ましい。

【0019】

前記乾燥は特に限定しないが、例えば、バンド乾燥機やトンネル乾燥機のような連続式材料移送型乾燥機、材料攪拌型乾燥機などで行えばよい。

【0020】

本発明の樹脂組成物の用途としては特に限定されないが、例えば、タイヤトレッドゴム、各種成形体、フォーム、接着剤、表面コート材、フィルム、カーペット裏打ち材及び、それらの成形に用いるマスターバッチ等が挙げられる。マスターバッチとして用いる場合には、例えば、製品樹脂組成物の混合量となるように、予め所定量の水酸化アルミニウムを混合した樹脂組成物（マスターバッチ）を得、次いで得られたマスターバッチと樹脂とを混合してタイヤ等に成形すればよい。

【0021】

【実施例】

以下本発明を実施例によりさらに詳細に説明するが、本発明は実施例により限定されるものではない。

実施例 1

アルミニウムアルコキシドを加水分解して得られた水酸化アルミニウム懸濁液（水酸化アルミニウムの結晶構造：ペーマイト、平均一次粒子径：13 nm）を容器に入れ、懸濁液をその pH が 11 になるように調整し、湯煎で液温を 65℃ に調整した。この時、水酸化アルミニウムの表面電位の符号は負であった。次いで、懸濁液に、水酸化アルミニウム（乾燥粉体換算）100 g に対し、65℃ に加温した #1502 SBR ラテックス（固形分濃度：22.9 wt %、表面電位の符号：負）435 g を添加、混合（攪拌回転数 約 600 rpm）して均一な混合液を得た。得られた混合液に、攪拌（攪拌回転数 約 600 rpm）しながら、25% NaCl 水溶液 184 ml を添加し、次いで表 1 に記載の成分を混合して得られた安定剤 20 g を添加してクリーミング液を得た。

【0022】

表 2 に記載の成分を混合して得られたセラム水（pH 6.01）を 65℃ に調整した後、セラム水に、攪拌（攪拌回転数 約 600 rpm）しながら、前記で得られたクリーミング液を分液ろうとにて滴下した。クリーミング液滴下終了後、10 分間攪拌を続け、次いで真空ろ過装置にてろ過し、ろ紙上の固形分を 2 倍量の水（80℃）により洗浄した。洗浄し得られた固形分を約 1 cm 角の大きさに碎き、80℃ で 4 時間、オープンにて乾燥して樹脂組成物を得た。

【0023】

得られた樹脂組成物の断面を電子顕微鏡にて観察した。その結果を図 1 に示す。

【0024】

【表 1】

SL-TNP（共同薬品株式会社製）	2.87 g
オレイン酸（和光純薬工業株式会社製）	0.57 g
水酸化カリウム（和光純薬工業株式会社製）	0.064 g
水	16.52 g

【0025】

【表 2】

25%NaCl 水溶液	1385 g
0.1N-H ₂ SO ₄	678 g
ハクトール（商品名 R107、伯東化学株式会社製）	1.76 g
水	6.46 L

【0026】

比較例 1

平均一次粒子径 0.6 μ m の市販水酸化アルミニウム（結晶構造：ギブサイト）100 g と実施例 1 で用いたと同じ SBR ラテックス 435 g とをバンバリーにて混合して樹脂組成物を得た。得られた樹脂組成物の断面を電子顕微鏡にて観察した。その結果を図 2 に示す。

【0027】

実施例 1 で得られた樹脂組成物は、比較例 1 で得られた樹脂組成物に比較して、水酸化アルミニウムが樹脂組成物中に均一に分散しており、優れた機械的物性（引張強度、曲げ強度）を有した。

【0028】

【発明の効果】

以上詳述したように本発明の樹脂組成物を微粒子水酸化アルミニウムが均一に分散していることから、優れた機械的物性を有する。また、本発明の製造方法によれば、前記樹脂組成物を簡易に提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】 実施例 1 で得られた樹脂組成物の断面の電子顕微鏡写真（50000 倍）。

【図 2】 比較例 1 で得られた樹脂組成物の断面の電子顕微鏡写真（50000 倍）。

【書類名】 図面

【図1】



【図2】



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 優れた機械的物性を有する樹脂組成物及びその製造方法を提供する。

【解決手段】 平均一次粒子径 100 nm 以下の水酸化アルミニウムと樹脂エマルジョンとを、前記水酸化アルミニウムの表面電位の符号と前記樹脂エマルジョンの表面電位の符号が同じになるように混合して混合物を得、次いで得られた混合物を凝集させた後、洗浄、乾燥してなる。

【選択図】 なし

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002093]

1. 変更年月日	1990年 8月28日
[変更理由]	新規登録
住 所	大阪府大阪市中央区北浜4丁目5番33号
氏 名	住友化学工業株式会社